

T S1/5/1

1/5/1

DIALOG(R) File 351:Derwent WPI

(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

012689573 \*\*Image available\*\*

WPI Acc No: 1999-495682/199942

XRAM Acc No: C99-145468

XRPX Acc No: N99-369365

**Method of separating composite member in preparing semiconductor substrate**

Patent Assignee: CANON KK (CANO ); OHMI K (OHMI-I); SAKAGUCHI K (SAKA-I); YANAGITA K (YANA-I)

Inventor: OHMI K; SAKAGUCHI K; YANAGITA K

Number of Countries: 031 Number of Patents: 010

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
EP 938129	A1	19990825	EP 99301181	A	19990217	199942 B
CN 1228607	A	19990915	CN 99103155	A	19990215	200001
JP 11317509	A	19991116	JP 9939261	A	19990217	200005
KR 99072744	A	19990927	KR 995455	A	19990218	200048
SG 81964	A1	20010724	SG 99611	A	19990215	200151
TW 437078	A	20010528	TW 99102327	A	19990212	200172
US <del>6342433</del>	B1	20020129	US 99250242	A	19990216	200210
US 20020093047	A1	20020718	US 99250242	A	19990216	200254
			US 200120807	A	20011218	
KR 351024	B	20020830	KR 995455	A	19990218	200315
US 6597039	B2	20030722	US 99250242	A	19990216	200354
			US 200120807	A	20011218	

Priority Applications (No Type Date): JP 9835820 A 19980218

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

EP 938129 A1 E 30 H01L-021/20

Designated States (Regional): AL AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT

LI LT LU LV MC MK NL PT RO SE SI

CN 1228607 A H01L-021/00

JP 11317509 A 22 H01L-027/12

KR 99072744 A H01L-021/20

SG 81964 A1 H01L-021/762

TW 437078 A H01L-027/12

US 6342433 B1 H01L-021/00

US 20020093047 A1 H01L-029/792 Div ex application US 99250242

Div ex patent US 6342433

KR 351024 B H01L-021/20 Previous Publ. patent KR 99072744

US 6597039 B2 H01L-027/01 Div ex application US 99250242

Div ex patent US 6342433

Abstract (Basic): EP 938129 A1

NOVELTY - A composite is separated into many members (1,2) at a separation area having a non-uniform mechanical strength with the strength of a peripheral portion (32) of the separation area being locally low.

DETAILED DESCRIPTION - INDEPENDENT CLAIMS are also included for the following:

(a) a preparation of a semiconductor substrate using the method above and

(b) a composite member having a non-uniform mechanical strength as above.

USE - In obtaining semiconductor substrates such as SOI substrates

ADVANTAGE - Separation occurs easily without damage to substrates  
so that yields are high and the first substrate can be reused.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The separation method is shown.

Base substrates (1,2)

Weak peripheral portion (32)

Separating force (111)

pp; 30 DwgNo 6A/12

Title Terms: METHOD; SEPARATE; COMPOSITE; MEMBER; PREPARATION;

SEMICONDUCTOR; SUBSTRATE

Derwent Class: L03; U11

International Patent Class (Main): H01L-021/00; H01L-021/20; H01L-021/762;

H01L-027/01; H01L-027/12; H01L-029/792

International Patent Class (Additional): H01L-021/02; H01L-031/0392

File Segment: CPI; EPI

?

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-317509

(43) 公開日 平成11年(1999)11月16日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

H 0 1 L 27/12  
21/02

識別記号

F I

H 0 1 L 27/12  
21/02

B

B

審査請求 有 請求項の数69 O L (全 22 頁)

(21) 出願番号 特願平11-39261

(22) 出願日 平成11年(1999) 2月17日

(31) 優先権主張番号 特願平10-35820

(32) 優先日 平10(1998) 2月18日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(72) 発明者 近江 和明

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

(72) 発明者 坂口 清文

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

(72) 発明者 柳田 一隆

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
ノン株式会社内

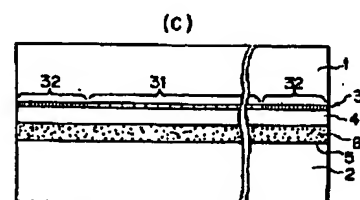
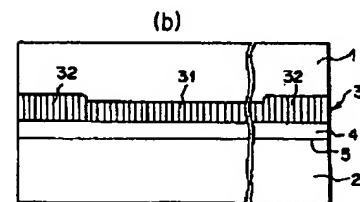
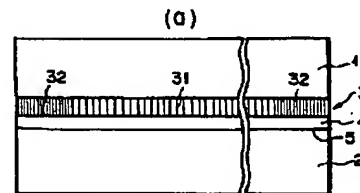
(74) 代理人 弁理士 山下 穰平

(54) 【発明の名称】 複合部材とその分離方法、及びそれを利用した半導体基体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 分離した基体を破損することなく、複合部材を比較的容易に分離することができる複合部材とその分離方法を提供することにある。

【解決手段】 複合部材を分離領域で複数の部材に分離する工程を含む複合部材の分離方法において、分離領域の機械的強度が該貼り合わせ面に沿った方向に不均一であることを特徴とする。半導体基体の製造方法により達成できる。特に前記分離領域の内の複合部材周辺部の機械的強度が中央部よりも弱いことが好ましい。また同時に前記分離領域は機械的強度が前記貼り合わせ箇所よりも弱いことが好ましい。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 複合部材を、分離領域で複数の部材に分離する工程を含む複合部材の分離方法において、前記分離領域の機械的強度が前記複合部材の表面に沿った方向に不均一であり該分離領域の周辺部の機械的強度が局所的に弱いことを特徴とする分離方法。

【請求項2】 前記分離領域の機械的強度が貼り合わせ箇所よりも弱い請求項1に記載の分離方法。

【請求項3】 前記分離領域が陽極化成法によって形成された多孔質層である請求項1に記載の分離方法。

【請求項4】 前記複合部材が概略円盤状であり、前記分離領域の機械的強度が該複合部材内の中央部で高く周辺部で低く、且つ円周方向に沿ってほぼ均一である請求項1に記載の分離方法。

【請求項5】 互いに多孔度の異なる部分を形成することによって前記分離領域の機械的強度を不均一にする請求項1に記載の分離方法。

【請求項6】 前記分離領域の多孔度を中央部よりも周辺部で高くする請求項1に記載の分離方法。

【請求項7】 前記分離領域に、互に厚さの異なる部分を形成することによって機械的強度を不均一にする請求項1に記載の分離方法。

【請求項8】 前記多孔質層の厚さを中央部よりも周辺部で厚くする請求項5に記載の分離方法。

【請求項9】 前記分離領域が機械的強度の異なる複数の層からなる請求項1に記載の分離方法。

【請求項10】 前記分離領域は多孔度が高い層と多孔度が低い層とを有する請求項1に記載の分離方法。

【請求項11】 前記多孔度が高い層の多孔度が中央部よりも周辺部でより高い請求項10に記載の分離方法。

【請求項12】 前記多孔度が低い層の厚さを中央部よりも周辺部で厚くし、前記多孔度が高い層の多孔度を中央部よりも周辺部で高くする請求項10に記載の分離方法。

【請求項13】 前記分離領域を形成するための陽極化成の電流密度を面内で変化させることにより前記多孔度が低い層の周辺部における厚さを基体の中央部より厚くすることを特徴とする請求項12に記載の分離方法。

【請求項14】 前記陽極化成される基体の近傍における陽極化成液中のイオン電流が流れる断面積を、前記基体の面積よりも大きくすることによって、周辺部に流入する化成電流の面密度を中央部に流入する化成電流の面密度よりも大きくし、前記多孔度の低い層の周辺部の厚さを中央部より厚くし、これによりその後形成する前記多孔度の高い層の周辺部の多孔度を中央部の多孔度より高くすることを特徴とする請求項13に記載の分離方法。

【請求項15】 前記陽極化成される基体近傍に、前記基体表面に流入するイオン電流分布を制御する電流ガイドを設けて、前記多孔度の低い層の厚さを面内で異なら

しめることを特徴とする請求項13に記載の分離方法。

【請求項16】 前記分離領域は、イオン打ち込みにより形成された微小気泡を得ることのできる層である請求項1に記載の分離方法。

【請求項17】 前記分離領域の周辺部のイオン注入量を中央部より大きくする請求項16に記載の分離方法。

【請求項18】 流体を吹き付けることにより、前記分離領域に亀裂を生じさせることを特徴とする請求項1に記載の分離方法。

【請求項19】 前記流体を吹き付ける方法として、高圧の水流をノズルから吹き出すウォーター・ジェット法を用いる請求項18に記載の分離方法。

【請求項20】 前記複合部材の側面に、流体を受けて分離領域を押し上げる方向の力を生ずるような、凹型を形成する請求項18に記載の分離方法。

【請求項21】 前記複合部材は単結晶シリコン基板を部分的に多孔質化することによって多孔質単結晶シリコン層を形成し、該多孔質単結晶シリコン層上に非多孔質単結晶シリコン層をエピタキシャル成長することによって形成された基体を有することを特徴とする請求項18に記載の分離方法。

【請求項22】 前記複合部材は第一の基体と第二の基体が、絶縁層を介して貼り合わされたものであり、該絶縁層は前記第一の基体の非多孔質単結晶シリコン層の表面を酸化することによって形成されたものであることを特徴とする請求項1に記載の分離方法。

【請求項23】 前記分離領域として単結晶半導体から成る第一の基体の所定の深さにイオンを打ち込むことにより、微小気泡層（microcavity 層）を得ることのできるイオン打ち込み層を形成する工程、前記第一の基体と第二の基体とを、前記第一の基体のイオンを打ち込んだ面が内側に位置する複合部材が得られるように、貼り合わせる工程、及び前記複合部材の側面に流体を吹き付けることにより、前記複合部材を分離する工程を有することを特徴とする請求項1に記載の分離方法。

【請求項24】 前記複合部材の側面に、流体を受けてイオン打ち込み層を押し上げる方向の力を生ずるような、凹型を持たせる請求項1に記載の分離方法。

【請求項25】 前記イオン打ち込み層は、前記貼り合わせ箇所よりも機械的強度が弱い請求項23に記載の分離方法。

【請求項26】 前記周辺部の多孔度と、多孔度の極小値と、の差が5%以上である請求項1に記載の分離方法。

【請求項27】 前記周辺部の多孔度と、多孔度の極小値と、の差が10%以上である請求項1に記載の分離方法。

【請求項28】 前記周辺部の多孔度は、20%以上80%以下から選択される請求項1に記載の分離方法。

【請求項29】 前記周辺部の多孔度は、35%以上8

0%以下から選択される請求項1に記載の分離方法。

【請求項30】 前記中央部の多孔度は5%以上35%未満から選択される請求項1に記載の分離方法。

【請求項31】 前記中央部の多孔度は5%以上20%未満から選択される請求項1に記載の分離方法。

【請求項32】 前記分離領域は、前記周辺部の面積より機械的強度が高い部分の面積が大きい請求項1に記載の分離方法。

【請求項33】 前記分離領域は、機械的強度が高い部分が前記複合部材の中心からずれている請求項1に記載の分離方法。

【請求項34】 請求項1に記載の分離方法を用いた半導体基体の製造方法。

【請求項35】 第一の基体と第二の基体が互いに貼り合わされた複合部材を、貼り合わせ面とは異なる箇所に形成された分離領域で複数の部材に分離する工程を含む半導体基体の製造方法において、前記分離領域の機械的強度が該貼り合わせ面に沿った方向に不均一であり該分離領域の周辺部の機械的強度が局所的に弱いことを特徴とする半導体基体の製造方法。

【請求項36】 前記分離領域の機械的強度が前記貼り合わせ面よりも弱い請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項37】 前記分離領域が陽極化成法によって形成された多孔質層である請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項38】 前記複合部材が概略円盤状であり、前記分離領域の機械的強度が該複合部材内の中央部で高く周辺部で低く、且つ円周方向に沿ってほぼ均一である請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項39】 互いに多孔度の異なる部分を形成することによって前記分離領域の機械的強度を不均一にする請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項40】 前記分離領域の多孔度を中央部よりも周辺部で高くする請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項41】 前記分離領域に、互に厚さの異なる部分を形成することによって機械的強度を不均一にする請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項42】 前記多孔質層の厚さを中央部よりも周辺部で厚くする請求項38に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項43】 前記分離領域が機械的強度の異なる複数の層からなる請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項44】 前記分離領域は多孔度が高い層と多孔度が低い層とを有する請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項45】 前記多孔度が高い層の多孔度が中央部よりも周辺部でより高い請求項43に記載の半導体基

の製造方法。

【請求項46】 前記多孔度が低い層の厚さを中央部よりも周辺部で厚くし、前記多孔度が高い層の多孔度を中央部よりも周辺部で高くする請求項43に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項47】 陽極化成の電流密度を面内で変化させることにより前記多孔度が低い層の周辺部における厚さを基体の中央部より厚くすることを特徴とする請求項46に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項48】 陽極化成される前記第一の基体の近傍における陽極化成液中のイオン電流が流れる断面積を、前記第一の基体の面積よりも大きくすることによって、周辺部に流入する化成電流の面密度を中央部に流入する化成電流の面密度よりも大きくし、前記多孔度の低い層の周辺部の厚さを中央部より厚くし、これによりその後形成する前記多孔度の高い層の周辺部の多孔度を中央部の多孔度より高くすることを特徴とする請求項47に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項49】 前記陽極化成される第一の基体近傍に、前記第一の基体表面に流入するイオン電流分布を制御する電流ガイドを設けて、前記多孔度の低い層の厚さを面内で異ならしめることを特徴とする請求項47に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項50】 前記分離領域は、イオン打ち込みにより形成された微小気泡を得ることのできる層である請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項51】 周辺部のイオン注入量を中央部より大きくする請求項50に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項52】 前記分離領域付近に流体を吹き付けることにより、前記分離領域に亀裂を生じさせることを特徴とする請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項53】 前記流体を吹き付ける方法として、高圧の水流をノズルから吹き出すウォーター・ジェット法を用いる請求項52に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項54】 前記複合部材の側面に、流体を受けて分離領域を押し上げる方向の力を生ずるような、凹型を持たせる請求項52に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項55】 前記第一の基体は、単結晶シリコン基板を部分的に多孔質化することによって多孔質単結晶シリコン層を形成し、該多孔質単結晶シリコン層上に非多孔質単結晶シリコン層をエピタキシャル成長することによって形成される請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項56】 前記第一の基体と前記第二の基体は、絶縁層を介して貼り合わされ、該絶縁層は前記第一の基体の非多孔質単結晶シリコン層の表面を酸化することによって形成される請求項54に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項57】 前記分離領域として単結晶半導体から成る第一の基体の所定の深さにイオンを打ち込むことに

より、微小気泡層を得ることのできるイオン打ち込み層を形成する工程、前記第一の基体と第二の基体とを、前記第一の基体のイオンを打ち込んだ面が内側に位置する複合部材が得られるように、貼り合わせる工程、及び前記複合部材の側面に流体を吹き付けることにより、前記複合部材を分離する工程を有することを特徴とする請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項58】 前記複合部材の側面に、流体を受けてイオン打ち込み層を押し拡げる方向の力を生ずるような、凹型を持たせる請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項59】 前記イオン打ち込み層は、前記貼り合わせ面よりも機械的強度が弱い請求項57に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項60】 前記周辺部の多孔度と、多孔度の極小値と、の差が5%以上である請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項61】 前記周辺部の多孔度と、多孔度の極小値と、の差が10%以上である請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項62】 前記周辺部の多孔度は、20%以上80%以下から選択される請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項63】 前記周辺部の多孔度は、35%以上80%以下から選択される請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項64】 前記中央部の多孔度は5%以上35%未満から選択される請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項65】 前記中央部の多孔度は5%以上20%未満から選択される請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項66】 前記分離領域は、前記周辺部の面積より機械的強度が高い部分の面積が大きい請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項67】 前記分離領域は、機械的強度が高い部分が前記複合部材の中心からずれている請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項68】 内部に分離領域を有する複合部材において、前記分離領域の機械的強度が該複合部材の表面に沿った方向に不均一であり、該分離領域の周辺部の機械的強度が局所的に弱いことを特徴とする複合部材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、複合部材とその分離方法並びに半導体基体の製造方法に関し、特に、内部に機械的強度が弱い脆弱構造部を有する複合部材とそれを分離する分離方法並びに半導体基体の製造方法に関する。本発明は、特に半導体基体の一種であるSOI (Semiconductor on insulator) 構造を有する基板 (SOI

基板) の製法に適している。

【0002】

【従来の技術】このSOI基板を採用したデバイスは、通常のSi基板では達成し得ない数々の優位点を有する。この優位点としては、例えば、以下のものが挙げられる。

(1) 誘電体分離が容易で高集積化に適している。

(2) 放射線耐性に優れている。

(3) 浮遊容量が小さく、素子の動作速度の高速化が可能である。

(4) ウェル工程が不要である。

(5) ラッチアップを防止できる。

(6) 薄膜化による完全な空乏型電界効果トランジスタの形成が可能である。

【0003】SOI構造は、上記のような様々な優位点を有するため、ここ数十年、その形成方法に関する研究が進められてきた。

【0004】SOI技術としては、古くは、単結晶サファイア基板上にSiをCVD (化学気相成長) 法でヘテロエピタキシ成長させて形成するSOS (silicon on sapphire) 技術が知られている。このSOS技術は、最も成熟したSOI技術として一応の評価を得たものの、Si層と下地のサファイア基板との界面における格子不整合による大量の結晶欠陥の発生、サファイア基板を構成するアルミニウムのSi層への混入、基板の価格、大面積化への遅れ等の理由により実用化が進んでいない。

【0005】SOS技術に次いで、SIMOX (separation by ion implanted oxygen) 技術が登場した。このSIMOX技術に関して、結晶欠陥の低減や製造コストの低減等を旨として様々な方法が試みられてきた。この方法としては、基板に酸素イオンを注入して埋め込み酸化層を形成する方法、酸化膜を挟んで2枚のウェハを貼り合わせて一方のウェハを研磨又はエッチングして、薄い単結晶Si層を酸化膜上に残す方法、更には、酸化膜が形成されたSi基板の表面から所定の深さに水素イオンを打ち込み、他方の基板と貼り合わせた後に、加熱処理等により該酸化膜上に薄い単結晶Si層を残して、貼り合わせた基板 (他方の基板) を剥離する方法等が挙げられる。

【0006】特許第2608351号公報や米国特許第5,371,037号において、新たなSOI技術を開示した。この技術は、多孔質層が形成された単結晶半導体基板上に非多孔質単結晶層を形成した第一の基板を、第二の基板に貼り合わせ、その後、不要部分を除去することにより、第二の基板に非多孔質単結晶層を移設するものである。この技術は、SOI層の膜厚均一性が優れていること、SOI層の結晶欠陥密度を低減し得ること、SOI層の表面平坦性が良好であること、高価な特殊仕様の製造装置が不要であること、数10nm~10μm程度の範囲のSOI膜を有するSOI基板を同一の

製造装置で製造可能なこと等の点で優れている。

【0007】更に、本出願人は、特開平7-302889号公報において、上記の第一の基板と第二の基板とを貼り合わせた後に、第一の基板を破壊することなく第二の基板から分離し、その後、分離した第一の基板の表面を平滑にして再度多孔質層を形成することで、第一の基板を再利用する技術を開示した。当該公報に開示された方法の1例を、図12(a)～図12(c)を用いて説明する。第1のSi基板1001の表面層を多孔質化して多孔質層1002を形成したのち、その上に単結晶Si層1003を形成し、この単結晶Si層と第一のSi基板とは別の第2のSi基板1004の主面とを絶縁層1005を介して貼り合わせる(図12(a))。この後、多孔質層で貼り合わせたウェハを分割し(図12(b))、第2のSi基板側の表面に露出した多孔質Si層を選択的に除去することにより、SOI基板を形成する(図12(c))。第一のSi基板1001は、残留した多孔質層1002を除去して再利用することができる。

【0008】特開平7-302889号公報に開示された発明は、多孔質シリコン層の構造が、非多孔質シリコンに比べて脆弱である点を利用して基板を分離するものであり、一度半導体基板の作製工程に使用した基板を再度、半導体基板の作製工程に利用できることで半導体基板の低コスト化を図るうえで非常に有用なものである。また、この技術は、第一の基板を無駄なく使用できるため、製造コストを大幅に低減することができ、製造工程も単純であるという優れた利点を有する。

【0009】上記第一の基体(基板)と第二の基体(基板)とを分離する方法としては、加圧、引っ張り、せん断、楔挿入、熱処理、酸化、波動印加、ワイヤカットなどの方法の他、本発明者らが特願平9-75498号や1998年3月25日に米国に出願した出願番号047,327号において提案した流体を分離領域に吹き付けて分離する方法がある。この流体としては、気体及び/又は液体が用いられ、特に水を主成分とする液体を用いたウォータージェットなどが好ましく使用できる。この方法は分離に際し、水が貼り合わせ面を切断する作用だけでなく第一の基体と第二の基体との隙間に均等に入り込んで、分離面全体に比較的均一な分離圧力をかけることが出来る。又、この方法は気体の場合のようにパーティクルをまき散らさずむしろ洗い流すことができる。これら2点でくさび挿入により分離する方法よりも優れている。特に分離領域の機械的強度を貼り合わせ箇所より脆弱にしておくと、これに流体の流れを吹き付けることにより脆弱な部分のみが破断、破壊または除去され、それ以外の強度が強い部分は破壊されずに残せるという大きな利点がある。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、貼り合

わされた複合部材をウォータージェットなどの流体を用いて分離しようとして、流体を複合部材の側面、特に分離領域側面付近に吹き付けた場合、分離領域の強度が強いと、流体の流れが分離領域をなかなか破壊または切断できない場合がある。この様な場合には流体の圧力を高めることにより分離できるようになるが、圧力を高くしすぎると貼り合わせ基体の側面から亀裂が内部へ進行していく途中で、分離した基体の片方または両方が分離領域に注入された流体の圧力のために割れることがある。このため分離工程において歩留まり低下が起きることがあった。これを避けるための一つの方法は、分離領域全ての機械的強度をより一層弱くしてより脆弱な構造にしておくことであるが、弱くしすぎると複合部材作成工程途中の加熱過程や洗浄過程、その他の基体の取り扱い中に分離領域が壊れて貼り合わせに至らなかったり、分離領域が崩壊してパーティクルが発生し汚染源になることもある。

【0011】また流体を使わず他の方法によって分離しようとする場合にも基本的には同様の問題が生じるため、分離工程における歩留まりが低下することがある。

【0012】本発明の目的は、分離した基体を破損することなく、複合部材を比較的容易に分離することができる複合部材とその分離方法を提供することにある。

【0013】本発明の別の目的は、分離領域の機械的強度を比較的強くでき、分離領域の意図しない崩壊を抑え、パーティクルの発生を抑えた複合部材とその分離方法を提供することにある。

【0014】

【課題を解決するための手段】本発明は、複合部材を分離領域で複数の部材に分離する工程を含む複合部材の分離方法において、分離領域の機械的強度が複合部材の表面に沿った方向に不均一であることを特徴とする半導体基体の製造方法により達成できる。

【0015】特に前記分離領域の内の複合部材周辺部の機械的強度が中央部よりも弱いことが好ましい。また同時に前記分離領域は機械的強度が前記貼り合わせ箇所よりも弱いことが好ましい。

【0016】この分離領域は陽極化成法によって形成された多孔質層やイオン打ち込みにより形成された微少気泡を得ることのできる層などを用いることが出来る。Siウェハなどの半導体基体や石英ウェハなどを上記第一の基体や第二の基体として利用する場合、これらはオリエンテーションフラットやノッチを有してはいるがおおむね円盤状であるからこれら第一の基体と第二の基体とを互いに貼り合わせて成る前記複合部材も概略円盤状である。この様な場合には前記分離領域の機械的強度が該複合部材内の中心部で高く周辺部で低くなる不均一性をもち、且つ円周方向にはおおむね均一である方が良好に分離される。複合部材が方形の板状部材の場合は、その角部又は一辺、或いは全周の機械的強度を弱くする。



【0017】前記分離領域に、互いに多孔度の異なる部分を形成することによって、機械的強度を不均一にすることが出来る。多孔度を大きくするほど機械的強度は弱くなるので、多孔度を変化させることによって機械的強度を変化させられる。より具体的には多孔度を中央部よりも周辺部で高くすることによってその周辺部での機械的強度を弱くすることが出来る。

【0018】前記分離領域はその厚さを変化させることによって機械的強度を不均一にすることが出来る。前記分離領域の厚さを厚くするほど機械的強度は弱くなるのでその厚さを変化させることによって機械的強度も変化する。従って前記分離領域の多孔質層はその厚さを基体の中央部よりも周辺部で大きくすることによってその周辺部での機械的強度を弱くすることが出来る。

【0019】前記複合部材の分離工程より前の工程では分離が起こらず、分離工程では確実に分離するのに、より適した複合部材を得るためには、前記分離領域を機械的強度の異なる複数の層から形成することがより好ましい。特に上記複数の層からなる前記分離領域の中において多孔度が高い層の厚さを非多孔質単結晶半導体層に隣接する多孔度が低い層の厚さよりも薄くすることが好ましい。上記複数の層はその中のそれぞれの層の構造がその界面において急峻に変化する必要は必ずしも無い。各層の強度や構造は、隣り合う層同士の界面で連続的に変化していたとしても、強度が分離領域全体にわたって均一であるよりは分離し易くなる。

【0020】前記機械的強度の異なる複数の層からなる前記分離領域においては前記多孔度が高い層の多孔度が基体の中央部付近よりも周辺部でより高いことがより好ましい。

【0021】前記機械的強度の異なる複数の層状の領域からなる前記分離領域を形成する場合には、前記多孔度が小さい第1層の厚さを基体の中央部よりも周辺部で大きくすることにより、前記多孔度が大きい第2層の多孔度を基体の中央部よりも周辺部で大きくすることが出来る。

【0022】本発明者らは、良質の多孔質層を形成すべく、陽極化成装置に各種改造を施す実験を行っていた。その時、ある形態の陽極化成装置を用いて多孔質化処理を施した複数のSiウェハの中に多孔度の面内分布をもつSiウェハがあることを見出した。

【0023】また、多孔質層上に非多孔質の層を形成した試料を用意し、その非多孔質層を剥離する実験を行っていたところ、多孔質層の多孔度が比較的低いものであっても、多孔度が比較的高いものより、より容易に剥離できる試料があることがわかった。

【0024】上記2つの知見を基に、後述する実施形態のように多孔度が面内分布をもつ多孔質層において、比較的高多孔度の層が破断又は崩壊すると、比較的低多孔度の層も容易に破断し、それは多孔度の絶対値にそれ程

影響を受けない。

【0025】即ち、分離を開始させやすい部材の周辺部に相対的に高多孔度の層がある場合には、その多孔度の絶対値にかかわらず分離が容易になることを見出し、本発明をなすに至ったのである。

【0026】

【発明の実施の形態】図1(a)～図1(c)は本発明の一実施の形態による複合部材の断面図である。

【0027】複合部材は、図1(a)に示すように、第一の基体1と第二の基体2とが互いに貼り合わされて形成されており、その内部には分離領域3が形成されている。ここでは、第一の基体1は、その分離領域3上に形成された層4を、第二の基体2の表面に接触させ貼り合わされており、符号5に示すところに貼り合わせ界面がある。

【0028】分離領域3は、機械的強度が比較的強い部分31と、弱い部分32とを有しており、機械的強度が弱い部分32は複合部材の周辺部(分離領域の周辺部)にある。

【0029】この複合部材を分離する場合、相対的に機械的強度の弱い部分32が複合部材の周辺部に存在する為、先にこの部分32に亀裂又は崩壊が生じ、複合部材は分離し易くなる。

【0030】より詳しく説明するに、図1(a)は、厚さが均一な分離領域3の周辺部に多孔度の高い多孔質体からなる部分32を形成し、中央部に多孔度の低い多孔質体からなる部分31を形成することにより局所的に機械的強度の弱い部分32を周辺部に設けている。図2(a)は、この複合部材を上面からみた場合の機械的強度の強い部分31と弱い部分32の位置を示している。符号7は必要に応じて設けられるオリエンテーションフラットである。

【0031】また、機械的強度の弱い部分32は、複合部材の外周全てではなく、図2Bに示すように外周部の一部であってもよい。機械的強度の強い部分31の面積を弱い部分32の面積より充分大きくすることが望ましい。

【0032】図1(b)は、均一な多孔度の多孔質体からなる分離領域3の厚さを不均一にすることで、周辺部に機械的強度の弱い部分32を形成したものである。この場合も、分離領域3の平面においては、図2Bに示すように外周部の一部に局所的に形成されてもよい。

【0033】図1(c)は、イオン打ち込みにより、周辺部にイオン注入量の多い部分を形成することで機械的強度の弱い部分32を形成したものである。この場合も図2(b)に示すように局所的にイオン注入量を多くして機械的強度の弱い部分32を外周部の一部に形成することもできる。水素イオンや希ガスイオンを打ち込んで所定の熱処理を行うと微小気泡が生じるので、高濃度にイオン注入された部分を多孔度の高い多孔質体にするこ



ともできる。

【0034】機械的強度の弱い部分32は、多孔質体の多孔度と厚さとを共に、他の部分より高く、厚くすることで、局所的に形成してもよい。又、多孔質体からなる分離領域に局所的にイオンを打ち込んで、イオン注入された部分の多孔質体を脆弱にして機械的強度を弱くしてもよい。

【0035】即ち、図1(a)～図1(c)に示した構成の特徴部分を適宜組み合わせることも好ましいものである。

【0036】本発明に用いられる第一の基体1としては、Siウェハの他に、Ge、SiGe、SiC、GaAs、GaAlAs、InP、GaN等の板状の半導体ウェハが好ましく用いられる。

【0037】第二の基体2としては、第一の基体1と同じ半導体ウェハの他に石英ガラスや樹脂シート等の絶縁性基体や、ステンレス鋼等の金属性基体であってもよい。

【0038】非多孔質の層としては、第一の基体の材料と同じ半導体材料から選択された材料からなる単層又は複数の層が好ましく用いられる。複合材料を分離してSOI基板を作製する場合には、単結晶半導体層であることが望ましい。

【0039】図1(c)に示す層6としては、絶縁体又は導電体等、層4と異なる材料で形成されたものが好ましく用いられる。

【0040】そして、第一及び第二の基体を貼り合わせる場合には、間に絶縁層や接着剤の層を介在させることも好ましいものである。

【0041】図3(a)、図3(b)は、複合部材の面内における機械的強度の分布を相対的に示すグラフである。

【0042】実線107は複合部材の左外周端LE1から中央Oに向かって及び複合部材の右外周端RE1から中央Oに向かって、徐々に機械的強度が増加し、中央Oを含むある位置LE2から位置RE2までの部分が機械的強度が最も強く一定となっている形態である。

【0043】一点鎖線108は、外周部(外周端LE1から位置LE2まで、及び外周端RE1から位置RE2までの部分)と、中央部(位置LE2から位置RE2まで)との間で、断続的に機械的強度が遷移している形態である。

【0044】破線109は、外周端LE1、RE1から中央Oに向けて連続的に機械的強度が増加している形態

$$P = \{ (M - m) \div M \} \times 100 \quad (\%) \quad (1)$$

ここで、多孔質体の密度mとは、孔を含む多孔質体の見かけの重量Gを、孔を含む多孔質体の見かけの体積Vで

$$m = G \div V$$

である。実際に、表面側の深さdだけが多孔質体である層構造になっている基体の多孔質層の多孔度Pを求める

であり、機械的強度は中央Oでのみ最大値をとる。

【0045】本発明においては、複合部材の外周端から中央に向かって、5mm内方の位置から分離領域の外周端までの部分における機械的強度が、中央部における機械的強度よりも局所的に弱くすることが好ましいものである。図3(a)に対応させると、複合部材の外周端から中央に向かって5mm内方の位置が、LE1からLE2の間及び又はRE2からRE1の間になるように分離領域を薄い層として形成することが望ましいのである。

【0046】更に、大口径の複合部材を外周端から中央に向かって分離していく場合には、複合部材の中央部が望むように分離できないことがある。この場合には、中央に局所的に機械的強度の弱い部分を形成するとよい。

【0047】図3(b)は、そのような形態の一例を示しており、機械的強度の高い部分は周辺部と中央との間、即ちドーナツ状の部分Mである。

【0048】分離領域として、多孔質層を用いる場合には、機械的強度が弱い周辺部の多孔度を20%以上、より好ましくは35%以上とし、多孔度の上限を80%以下にするとよい。機械的強度が強い中央部の多孔度は、周辺部より低ければよいのであるが、望ましくは、5%以上35%未満、より好ましくは5%以上20%未満の範囲内から、周辺部より低くなるように選択するとよい。

【0049】多孔度の差は5%以上、より好ましくは10%以上あれば、周辺部と中央部に、複合部材を容易に分離するに十分な機械的強度の差が得られる。

【0050】また、図3(b)の場合は、符号Mで示す部分が機械的強度が強い部分となるので、分離領域を多孔質体で作る場合には、この部分M即ち、機械的強度が極大値をもつ部分の多孔度を、図3(a)の中央部と同じく、5%以上35%未満、より好ましくは5%以上20%未満と低くすればよい。

【0051】図3(b)における中央Oの多孔度は、部分Mよりも高ければよく、その関係を満たすように20%～80%の範囲から適宜選択するとよい。

【0052】ここで多孔質体の多孔度P(%)とは、多孔質体の見かけの体積の中で孔が占める体積の割合を表す。この多孔度は、前記第1の基体上に形成された多孔質体の密度mと非多孔質体の密度Mを用いて次の式で表される。

$$【0053】$$

$$P = \{ (M - m) \div M \} \times 100 \quad (\%) \quad (1)$$

除したものであり、

$$(2)$$

には、多孔質層を形成する前の基体の重量A、多孔質層を形成後の前記基体の重量a、多孔質層を完全に除去し

た後の基体の重量Bを用いて次式から求めることが出来る。

$$P = \{ (A - a) \div (A - B) \} \times 100 \quad (3)$$

次に、複合部材の作製方法について述べる。

【0055】まず、Siウェハのような第一の基体1を用意し、その表面又は表面から所定の深さの箇所に分離領域3を形成する。分離領域の形成法としては、陽極化成等により第一の基体1の表面を多孔質化する方法及び／又は水素イオンや希ガスイオンのような基体の構成元素とは異なるイオンをイオン打ち込みすることにより第一の基体1の表面から所定の深さの箇所に注入イオン濃度が最大となるイオン打ち込み層を形成する方法がある。陽極化成の条件やイオン打ち込みの条件を後述手順で制御することにより、機械的強度の弱い部分を周辺部に作る。

【0056】次に、必要に応じて分離領域3上に非多孔質の層4を形成し、第2の基体に貼り合わせる。イオン打ち込みを利用する場合には、第一の基体の表層がそのまま非多孔質の層4となる。多孔質化を利用する場合には、多孔質化された第一の基体1の表面上にスパッタリングやCVDにより層4を形成する。

【0057】そして、非多孔質の層4をSiウェハのような第2の基体に直接或いは必要に応じて絶縁層6を介して貼り合わせる。こうして、複合部材が出来上がる。

【0058】この様な局所的に機械的強度の弱い多孔質層を形成するための一つの方法は、陽極化成の電流密度を面内で変化させることである。半導体基体の周辺部に流入する化成電流密度を基体の周辺部において高くすることにより、前記多孔質層の基体の周辺部における厚さ及び／又は多孔度を、基体の中央部より厚く、高くすることが出来る。上記のような電流密度分布を実現するためには、例えば、陽極化成の際、化成される基体の近傍における陽極化成液中の、イオン電流が流れる断面積を、化成する基体の面積よりも、大きくすることである。これによって、基体周辺部に流入する化成電流の面密度を基体中央に流入する化成電流の面密度よりも大きくすればよい。具体的には使用する陽極化成槽を化成する基体よりも大きくして、基体の面積より広い断面積のイオン電流を、基体で受けるようにすればよい。

【0059】図4は陽極化成に用いられる装置を概念的に示したものである。図4において、101は陽極化成用のDC電源、102はカソード電極、103はアノード電極である。104、105は被処理基体1を保持する絶縁性の保持体であり、凹部に基体1をかん合させている。106は絶縁性の層底部である。

【0060】ここで、電極102、103の面積は、基体1の面積の1.2倍～3.0倍、より好ましくは1.3倍～2.0倍程度である。

【0061】この様にすると基体の外周端より外側から流れてきたイオンが、基体に集められる際に、基体の周

【0054】

辺部により多く流れ込み、その部分の多孔質層の厚さを大きく、多孔度を高くすることが出来る。

【0062】更には、複数段階の陽極化成を行い第1の多孔質層の周辺部の厚さを中央部より厚くし、これによりその後形成する第2の多孔質層の周辺部の多孔度を、中央部の多孔度より高くすることが可能である。

【0063】この様な流入電流の分布を、さらに精密に制御する必要がある場合には、化成する基体近傍に基体表面に流入するイオン電流分布を制御する電流ガイドを設けて、イオン電流分布を制御することにより前記多孔度の小さい層の厚さの分布を制御することが出来る。

【0064】前記分離領域として前記イオン打ち込みにより形成された微少気泡(microcavity)を得ることのできる層を用いる場合には、イオン打ち込みの密度を高くすることにより、上記微少気泡の大きさや密度、微少気泡の分布する厚さなどを大きくすることが出来、これによりこの領域の機械的強度を小さく出来る。

【0065】そこで基体周辺部のイオン注入量を基体中央部より大きくすることにより基体周辺部の単位体積あたりの微少気泡密度を高め多孔度を基体中央部より高くすることが可能である。

【0066】図5は、図4に示したような方法によって得られる多孔質の多孔度の直径方向に関する面内分布を示すグラフである。

【0067】本グラフから、多孔度が高くなる程、機械的強度は弱くなるので、図3(a)の実線107と比べて、この図5の実線207と点線209とは上下逆のパターンになっている。

【0068】基体の面積に対する電極102、103の面積の比が十分大きいと実線207のようになり、基体の面積に対する電極の面積の比が小さいと破線209のようになる傾向がある。こうして周辺部に高多孔度の多孔質体を形成することができる。

【0069】一方、図1(a)や図3(a)の一点鎖線11に示すような機械的強度分布の多孔質層を作る手法について述べる。その第1の方法は次のとおり。基体1の外周部にのみイオン注入用のマスクとなるホトレジストパターンを設け、中央部に酸素イオンを注入する。外周部の酸素イオン濃度が局所的に低くなった基体に基体とはほぼ同じ面積の電極を用いた陽極化成を施し、外周部が高多孔度で中央部が低多孔度の多孔質層を作る。

【0070】第2の方法は次のとおり。基体の外周部を除いて中央部をワックス等の耐陽極化成マスクで覆い、高電流密度の条件下で一般的な陽極化成を行い外周部を多孔質化する。

【0071】次に、外周部をマスクして低電流密度の条件下で一般的な陽極化成を行い中央部を多孔質化する。

【0072】第3の方法は、一般的な陽極化成により均一な多孔質層を形成した後、イオン打ち込みにより外周部のみ、多孔度を高める方法もある。イオン注入量分布を制御すれば、図3(a)、図3(b)に示すような強度分布をもつ多孔質層を制御性良く形成できる。

【0073】但し、製造コストの点ではこれらの方法よりは図4に示した方法の方が有利であろう。

【0074】次に、図1(c)に示した複合部材の作製方法についてより具体的に述べる。

【0075】Siウエハのような基体を酸化して絶縁膜6を形成する。水素又は希ガスイオンを基体全面に所定の加速電圧でイオン打ち込みする。外周部を除く中央部をホトレジストマスクパターンで覆い、外周部に再び同じ加速電圧でイオンを打ち込む。こうして、機械的強度の弱い部分32をもつ分離領域3が形成できる。

【0076】マスクパターンを除去して、第二の基体2に絶縁膜6を貼り合わせる。1回目のイオン打ち込みにおけるドーズ量を2回目のイオン打ち込みにおけるドーズ量をそれぞれ $10^{15}\text{cm}^{-2}$ ～ $10^{17}\text{cm}^{-2}$ として、機械的強度が弱い部分の異種原子濃度を $10^{20}\text{cm}^{-3}$ ～ $10^{23}\text{cm}^{-3}$ にすればよい。

【0077】次に、本発明に用いられる複合部材の分離方法について説明する。一例として図1(a)に示した複合部材を分離する形態について説明するに、図6

(a)に示すように、熱処理等により発生した内部応力や、外力を利用して複合部材を分離する。分離領域3のうち周辺部32は機械的強度が局所的に弱い為に、ここが最初に崩壊したり、ここに最初に亀裂が生じる。図6(a)は楔110を挿入して第一の基体1の周辺部を第二の基体2から引き離す力111を加えて分離する様子を示している。

【0078】そして、複合部材は図6(b)に示すように2つに分割される。非多孔質の層4上に残留する分離領域3の残留層37が比較的厚い場合には、研磨やエッチングにより残留層を除去する。そして、必要に応じて水素雰囲気中で熱処理(水素アニール)を行う。こうして、図6(c)に示すように平滑な表面を有する層4を備えた基体2が得られる。

【0079】太陽電池の用途等の場合には、残留層を除去しなくてもよい。

【0080】本発明に使用可能な前記複合部材の分離方法としては、特開平7-302889号に開示されているような加圧、引っ張り、せん断、楔挿入、熱処理、波動印加、ワイヤカットなどの種々の方法や、特願平9-75498号にて提案したような、貼り合わせられた前記第一の基体と第二の基体を前記分離領域の側面付近に流体を吹き付けることにより、貼り合わせ界面とは異なる分離領域において複数の部材に分離する方法が使用可能である。

【0081】本発明において分離を行うために用いる流

体の流れは加圧した流体を細いノズルから噴射することにより実現可能である。噴射する流れをより高速、高圧の細いビームにする為の方法としては「ウォータージェット」第1巻1号第4ページなどに紹介されているような流体ジェット法を使用することが出来る。本発明に使用可能な流体ジェットは、高圧ポンプにより加圧された $100\sim3000\text{kgf/cm}^2$ の高圧の液体を $0.1\sim0.5\text{mm}$ 程度の直径の細いノズルから噴射することによって、セラミックス、金属、コンクリート、樹脂、ゴム、木材などの切断(ただし、固い材料の時は水に研磨剤を加える)、加工、表層の塗膜の除去、部材表面の洗浄などを行うことができる。従来のウォータージェットの使い方においては、上記のように材料の一部分を除去することが主な効果であった。すなわち、ウォータージェット切断は主部分のきりしろを除去すること、また、塗膜の除去、部材表面の洗浄は不要な部分を除去することであった。

【0082】本発明の流体の流れの形成方法として、ウォータージェットを用いる場合、前記分離領域の側面にウォータージェットを噴射することにより、複合部材を分離することが可能である。この場合、先ず貼り合わせ基体の側面に前記分離領域側面を露出させて、そこ及びその周辺に、直接ウォータージェットを噴射する。するとそれぞれの基体は、損傷を受けず機械強度が脆弱な分離領域のみがウォータージェットにより除去されて二枚の基体が分離される。また何らかの理由で前記分離領域側面が予め露出しておらず、酸化膜のような薄い層でその部分が覆われている場合でも、ウォータージェットでまず分離領域を覆う層を除去した後、ウォータージェットで分離できる。

【0083】また、従来のウォータージェットでは利用されていなかった効果ではあるが、複合部材の側面の凹部にジェットを噴射することにより、貼り合わせウエハを構造が脆弱な前記分離領域を押し抜けて破壊して分離することも出来る。この場合、分離領域の切断くずがほとんど発生しないし、分離領域が素材としてはジェットそのものでは除去できないものであっても、研磨材を使用することなく、また分離の表面にダメージを与えることなく分離することが可能である。

【0084】この様に、この効果は切断とか研磨といった効果ではなく、流体による図6(a)に示したものと同一種類の楔の効果と考えることも出来る。従って、この効果は貼り合わせ基体の側面に凹部があつてジェットを噴射することにより、分離領域を引き剥す方向に、力が掛かる場合には大いに効果が期待できる。この効果を充分に発揮させようとするならば、複合部材の側面の形状は凸型ではなく凹型である方が好ましい。

【0085】図7は本発明に用いられる半導体基体の製造方法に用いられるウォータージェット装置の一例を示す概略斜視図である。図7において、符号1は2枚のS

i ウェハを貼り合せ一体化した複合部材で、内部に分離領域3が存在する。403、404は真空チャックにより複合部材1を吸着/固定する保持具で、互いに同一回転軸上に存在する。更に保持具404は、ベアリング408を介して支持台409と接続し、後尾でスピードコントロールモータ410が直結して接続されていることで、任意のスピードで回転することができる。また、保持具403はベアリング411を介して支持台409と接続し、後尾で支持台409との間に圧縮バネ412を介することで保持具403が複合部材1から離れる方向YAに力がかかっている。

【0086】まず、複合部材1を位置決めピン413にならう様にセットし、保持具404に吸着/保持させる。保持具404は、複合部材1を位置決めピン413にならわすことで、複合部材1中央部を保持することができる。次に、保持具403を複合部材1が、吸着/保持するまでベアリング411にならって左方向に前進させる。この時、保持具403は、圧縮バネ412により右方向に力がかかる。このとき、圧縮バネ412による力で、複合部材1から保持具403が離れない様、圧縮バネ412の戻る力と、保持具403が複合部材1を吸引する力はバランスを取っている。

【0087】次に、ウォータージェットポンプ414からウォータージェットノズル402に水を送り込み、噴出する水が安定するまで一定時間出し続ける。水が安定したら、シャッター406を開いて複合部材1の側面にウォータージェットノズル402から噴出した水（以下ウォータージェット水）をあてる。この時、保持具404を回転させることにより、複合部材1及び保持具403を回転させる。ウォータージェット水は、複合部材1の側面において、その厚さの中心近くにあてることで、複合部材1を外周部から中心に向かって2体に押し広げ、複合部材1内で比較的弱い分離領域を破壊し、最終的には2体に分離する。

【0088】この時、上述した様に、複合部材1にウォータージェット水は均等にかかり、また、保持具403は、複合部材1を保持しながら、右方向に力が働いているので、分離した後、分離した複合部材1同士が摺動しない機構になっている。

【0089】また使用する流体として、水を使用せず、アルコールなどの有機溶媒やフッ酸、硝酸などの酸、あるいは水酸化カリウムなどのアルカリその他の分離領域を選択的にエッチングする作用のある液体なども使用可能である。さらに流体として空気、窒素ガス、炭酸ガス、希ガスなどの気体を用いても良い。分離領域に対してエッチング作用を持つガスやプラズマを用いることもできる。使用する水は半導体基体の製造工程に導入する複合部材1の分離方法の為に、不純物金属やパーティクル等を極力除去した純水、超純水などの純度の高い水を使用することが望ましい。又、完全低温プロセスである

ので純水以外の流体ジェットを用いても、分離後に洗浄すれば、不純物やパーティクルは除去することも充分可能である。

【0090】この様な流体を吹き付ける方法を用いる場合には、前記複合部材1の分離領域付近に、液体の流れを受けて分離領域を押し広げる方向の力を生ずるような、凹型にへこんだ形状を持たせておくことが好ましい。分離領域を挟んで二枚の基体が貼り合わされてなる複合部材1を分離領域で分離しようとする場合には、それぞれの基体のエッジを面取りしておくことによって容易にこの様な構造を実現することが出来る。

【0091】ウォータージェットの様な流体の流れにより、または加圧、引っ張り、せん断、楔挿入、熱処理、波動印加、ワイヤカットその他の種々の方法を利用することにより、複合部材1にあらかじめ形成してある分離領域に分離力を加えて二つに分離する場合、分離領域の機械的に脆弱な部分が破壊されることにより分離が進行する。分離領域付近に流体の流れを噴射した場合にも機械的強度が脆弱な分離領域を流体の流れが除去または破壊していく。しかも流体の場合には基本的には分離領域が除去されつつそれ以外の脆弱でない部分は破壊されずに残るので、結果として分離後に利用する部分を傷つけずに分離できるという利点がある。しかしながらいずれの方法の場合にも、分離領域の強度が十分に弱くなっていないと分離領域を破壊できない場合がある。例えば所定の圧力の流体の流れでは分離領域を破壊、または除去出来ないことがある。

【0092】これを解決するために、流体の圧力を高めると分離領域だけでなくそれ以外の部分まで破壊され、例えば貼り合わせ基体の分離の場合に、板状の第一または第二の基体が割れることがある。これを防ぐために流体の圧力を下げると分離が出来ないというジレンマが生じる。

【0093】上記の大部分の分離方法では、分離の初期段階に複合部材1の中に形成された分離領域の表面付近、例えば円板状の貼り合わせ基体の周辺部に形成された部分の分離領域に固体のくさびを押し込む必要がある。このように分離は表面から進行させる必要がある場合が多い。ところが表面に近い部分は分離が進行しない間は分離力を加える面積が小さく、力の面積密度を高くせざるを得ないという問題がある。これは分離した面に分離力をかけることは出来るが、まだ分離していない面には分離力をかけられないためである。分離が進行した段階では分離力を加えることの出来る面積が増えるので分離面にかかる分離力を大きくして分離し易くしてもその面密度が低くなるため分離に伴う基体の破損（割れなど）を防ぐことが容易になる。

【0094】分離の初期において、分離を容易にするためには分離領域の多孔質層の多孔度を高める、多孔質層の厚さを厚くする、あるいはイオン打ち込み量を増加す

ることによって、微少気泡の形成量を増やす、などの方法により、機械強度を弱くすればよいが、強度が弱くなり過ぎると、前記複合部材の形成工程の途中で分離工程に達する前に分離領域が破壊されるという不都合が生じる。

【0095】本発明者らが鋭意研究の結果、このような不都合を避けるためには、分離領域の機械強度を貼り合わせ面と平行な方向に変化させ、特に前記分離領域の貼り合わせ基体表面に近い部分、例えば周辺部の機械強度を基体中央部に比べて弱くすればよいことが判明した。

【0096】分離の初期段階で分離した面の面積が小さく分離力を大きく出来ない段階では、分離領域の機械強度を弱くして小さな力で分離が進行するようにする。基体の周辺部付近の分離領域の機械強度を小さくすることによりこれは可能である。基体の中央部では分離領域の機械強度を周辺部よりも高くして工程途中での剥がれを防ぐ。

【0097】こうしておいても分離が中央部にさしかかるときには分離した面積が広いので分離力の面密度を小さくしても分離力全体は大きくなり分離を進行させることが出来るようになる。このような効果は分離方法によらず発揮されるものであるが分離した面全体に比較的均一に分離力をかけて基体の破損を防ぐためには上記流体の流れを分離領域に噴射する方法が最も望ましい。

【0098】分離を安定して行うための条件範囲を広くして基体の破損無しに確実に分離を行うためには、図8のように分離領域3が機械的強度の異なる複数の層状の領域(22, 23)から成る構造が好ましい。このような場合には基体の中央部に比べて周辺部での機械強度を小さくすることが比較的容易に実現できる。分離領域が多孔度の小さい層23(これを便宜上多孔質層第一層と称する。)と、大きい層22(これを便宜上多孔質層第二層と称する。)との積層構造になっている場合、多孔度の小さい層23をまず陽極化成法により形成し、しかる後化成電流を大きくして多孔度の大きい層22を同じく陽極化成法により形成すればよい。

【0099】本発明者らが鋭意研究したところによると、上記多孔質層第二層22の多孔度は電流の大きさだけで決まっているのではなく、上記多孔質層第一層23の膜厚や多孔度にも依存していることが分かった。上記多孔質層第二層22の化成電流を等しく設定しても、上記多孔質層第一層23の膜厚が厚いか多孔度が低いと、上記多孔質層第二層22の多孔度が高くなる傾向がある。このため例えば上記多孔質層第一層23の厚さを薄くしていくと、上記多孔質層第二層22の多孔度を高く保つには、多孔質層第二層22の化成電流をより高くする必要がある。この関係を示したものが図9である。

【0100】もし多孔質層第二層の化成電流を一定に保てば、多孔質層第一層の厚さが変わると多孔質層第二層の多孔度が影響を受ける。この関係を示したのが図10

である。図10によれば、第一層膜厚(ミクロン)に対する第二層の多孔度(%)の関係図であり、多孔質層第一層を形成した後、これとは独立に多孔質層第二層を形成できるのではなく、多孔質層第一層の特性が多孔質層第二層の多孔度に影響を与えることは明らかである。このような現象の詳細なメカニズムは完全には解明できていない。しかし後述するごとく、多孔質Siの形成には化成液中のF<sup>-</sup>イオンが必要とされており、孔の先端の孔形成部でF<sup>-</sup>イオンが消費されれば、多孔質Siの表面側から孔内を通して、新たなF<sup>-</sup>イオンが輸送されて孔の先端に供給される必要がある。

【0101】このような孔内のF<sup>-</sup>イオンの電界または拡散による輸送の実効的な易動度は、第一層の孔サイズや孔の長さすなわち第一層の厚さに依存すると考えられる。すなわち陽極化成によって形成される多孔質層第一層自身がその先の多孔質層形成に必要なイオンの輸送を制限する。

【0102】したがって、形成された多孔質層第一層がその先の多孔質層の形成に必要なF<sup>-</sup>イオン輸送の実効的な易動度制限層として働く。化成電流が一定なら相当の厚さまで多孔度が余り変わらずに化成が進行する。これは一定の電流ではF<sup>-</sup>イオンの消費と供給のバランスで決まるあるサイズの孔が形成されるが、途中で電流を増やすと、すでに形成済みの多孔質層の存在によりF<sup>-</sup>イオンの消費と供給のバランスが変わって孔のサイズが大きく変化するためと考えられる。

【0103】第一層の厚さが増加して、その中を輸送されるF<sup>-</sup>イオンの実効的な易動度が下れば、孔の先端でのF<sup>-</sup>イオン濃度が低下し、孔の内の化成液中にイオン欠乏層が広がることによって、化成液と孔内のSi単結晶表面との界面のポテンシャル障壁が低くなる部分が広がり、そこでSiがエッチングされて孔のサイズが増加している可能性がある。

【0104】実際、化成電流を単純に大きくしても、Si表面に易動度制限層が存在しなければ、多孔度は余り増大せず、むしろ化成速度が増大してしまう。従って化成電流の増大により、多孔度を大きく変化させようとする場合には、多孔度増大層と化成液との間に上記のような何らかのF<sup>-</sup>イオンの易動度制限層が必要である。そこでもし上記多孔質層第一層の厚さが、基体周辺で厚く出来れば、その部分の多孔質層第二層の多孔度は、中央部の第一層の厚さが薄い部分の第二層の多孔度よりも大きくすることが出来、これにより基体周辺部の分離領域の機械的強度を弱くすることが可能になる。

【0105】本発明はこの様に陽極化成のメカニズムを巧みに利用し、前記機械的強度の異なる複数の層状の領域からなる前記分離領域を形成する場合に、前記多孔度が小さい層23の厚さを基体の中央部よりも周辺部で大きくすることにより、前記多孔度が大きい層22の多孔度を基体の中央部よりも周辺部で大きくすることが出来

る点にも大きな特徴がある。

【0106】そして、前述したとおり、図4に示すような簡略的な装置を用いた陽極化成方法により、ウェハに多孔質層を形成することができる。こうして多孔度の小さい層の基体周辺部の厚さを基体中央部より厚くし、これによりその後形成する多孔度の大きな層の基体周辺部の多孔度を、基体中央部の多孔度より大きくすることが可能である。この様な流入電流の分布を、さらに精密に制御する必要がある場合には、化成する基体近傍に基体表面に流入するイオン電流分布を制御する電流ガイドを設けて、イオン電流分布を制御することにより前記多孔度の小さい層の厚さの分布を制御することが出来る。

【0107】また、第一の基体と第二の基体の複合部材からウェハと薄膜半導体とを分離するためのウォータージェット噴射装置については、上述の図7に示して説明したとおりである。

【0108】次に、図8は、上述したように、本発明の方法に使用することの出来る貼り合せ基体の構造の一例を詳しく説明するための図である。この例では、分離領域3は、図8に示すように、多孔度の低い多孔質第一層23と、これよりも多孔度が高く機械強度が弱い多孔質第二層22からなる二層構造になっている。本発明においては、上記多孔質第二層22は基体の周辺部付近での多孔質を中央部よりも高くしたり、その厚さを厚くしたりすればよい。分離は貼り合わせ界面とは異なる位置にある多孔質第二層22の中又はその界面に亀裂が生じる。多孔質第二層22はその機械的強度が弱いので、第一の基体21と第二の基体27が分離する方向に力が加わると、多孔質第二層22のみが破壊されて両者が分離する。この時、多孔質第一層23は、非多孔質の単結晶Siからなる層4を形成する際に、結晶欠陥の発生を抑えるために、また分離工程で層4に破壊が及ばないための保護層として必要である。もちろん多孔度をそれほど高くしなければ多孔質第二層22を形成することなく分離を行うことも可能であるが、好ましくは多孔質第二層22を有していたほうが歩留まりがよい。

【0109】

【実施例】次に、各実施例により、本発明の内容をさらに具体的に説明する。

【0110】【実施例1】本実施例では、 $625\mu\text{m}$ の厚みを持った比抵抗 $0.01\Omega\cdot\text{cm}$ のP型（あるいはN型でもよい）の8インチ径の第1の（100）単結晶Si基板を、HF溶液中において陽極化成を行った。陽極化成層の化成電極及び上記Si単結晶基体と平行な面の断面積を該Si基体の面積の約2倍と成るように化成槽を作成し、これを使用した。

【0111】陽極化成条件は以下のとおりである。

【0112】化成電流：2.6(A)

陽極化成溶液：HF:H<sub>2</sub>O:C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH=1:1:

1

時間：11(分)

このようにして化成した基体の多孔質層の中央部の厚さは約1.2ミクロンで中央部の多孔度は約20%、周辺部の多孔質層の厚さは最大で約1.9ミクロンで多孔度は30%であった。この様な条件で作成したものの周辺部の孔の大きさは電子顕微鏡観察によって調べることが出来、表面から深い部分では中央部に比べ明らかに大きい。ただし多孔質層の表面付近では中央部も周辺部も孔の大きさに顕著な差は見られない。このことは後の工程で多孔質層状に欠陥の少ないSiの単結晶をエピタキシャル成長させる上で非常に大切である。

【0113】この基板を酸素雰囲気中400℃で1時間酸化した。この酸化により多孔質Siの孔の内壁は熱酸化膜で覆われた。フッ酸で洗浄を行い、次いで水素雰囲気中で950℃の熱処理を行った後、多孔質Si上に以下の条件のCVD法により単結晶Siを $0.3\mu\text{m}$ エピタキシャル成長した。

【0114】ソースガス：SiH<sub>4</sub>

キャリアーガス：H<sub>2</sub>

温度：900℃

圧力： $1\times 10^{-2}\text{Torr}$

成長速度：3.3nm/sec

さらに、このエピタキシャルSi層表面に熱酸化により100nmのSiO<sub>2</sub>層を形成した。

【0115】該SiO<sub>2</sub>層表面と別に用意したSi基板の表面とを重ね合わせ、接触させた後、1180℃で5分間の熱処理をし、貼り合わせをおこなった。複合部材を図7に示した装置にセットし、水圧1000kgf/cm<sup>2</sup>、直径0.15mmの条件でウォータージェット噴射を行ったところ多孔質Si層が破断し、ウェハは良好に二分され、2つのSi基板が分離面に多孔質Siが表出した。その後、多孔質Si層をHF/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH系のエッチング液で選択エッチングする。多孔質Siは選択エッチングされ完全に除去された。非多孔質Si単結晶の該エッチングに対するエッチング速度は、極めて低く、非多孔質層におけるエッチング量は実用上無視できる。すなわち、Si酸化膜上に $0.2\mu\text{m}$ の厚みを持った単結晶Si層が形成できた。多孔質Siの選択エッチングによっても単結晶Si層には何ら変化はなかった。

【0116】こうして得られたSiO基板を水素雰囲気中で熱処理した。

【0117】透過電子顕微鏡による断面観察の結果、Si層には新たな結晶欠陥は導入されておらず、良好な結晶性が維持されていることが確認された。エピタキシャルSi層表面に酸化膜を形成しなくても同様の結果が得られる。第1のSi単結晶基板は残留多孔質Siを除去して、もう1枚のSiO基板を得るために再度第1のSi単結晶基板として使用した。

【0118】【実施例2】本実施例では、 $625\mu\text{m}$ の



厚みを持った比抵抗 $0.01\Omega\cdot\text{cm}$ のP型（あるいはN型でもよい）の8インチ径の第1の（100）単結晶Si基板を、HF溶液中において陽極化成を行う。陽極化成層の化成電極及び上記Si単結晶基板と平行な面の断面積を該Si基板の面積の約2倍と成るように化成槽を作成し、これを使用した。

【0119】陽極化成条件は以下のとおりである。

【0120】化成電流：2.6(A)

陽極化成溶液：HF：H<sub>2</sub>O：C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH＝1：1：1  
時間：11（分）

このようにして化成した基板の多孔質層第一層の中央部の厚さは約12ミクロンで中央部の多孔度は約20%となった。周辺部の多孔質層の厚さは最大で約19ミクロンで多孔度は30%であった。続いて第一層化成後第二層の化成を下記の条件で引き続いておこなう。

【0121】電流密度：8(A)

陽極化成溶液：HF：H<sub>2</sub>O：C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH＝1：1：1  
時間：2（分）

第一層形成後に上記のような条件で第二層の化成を行うと第二層の中央の膜厚は約2ミクロン、多孔度は40%程度となった。しかし基板の周辺部では多孔度は最大55%程度、その厚さは2ミクロン未満である。

【0122】ただし多孔質層第一層の表面付近では中央部も周辺部も孔の大きさに顕著な差は見られない。このことは後の工程で多孔質層状に欠陥の少ないSiの単結晶をエピタキシャル成長させる上で非常に大切である。

【0123】この基板を酸素雰囲気中400℃で1時間酸化した。この酸化により多孔質Siの孔の内壁は熱酸化膜で覆われた。次に、HF溶液で洗浄を行い、水素雰囲気中で熱処理を行った後、多孔質Si上にCVD法により単結晶Siを0.3μmエピタキシャル成長する。成長条件は以下の通りであった。

【0124】ソースガス：SiH<sub>4</sub>

キャリアーガス：H<sub>2</sub>

温度：900℃

圧力：1×10<sup>-2</sup>Torr

成長速度：3.3nm/sec

さらに、このエピタキシャルSi層表面に熱酸化により100nmのSiO<sub>2</sub>層を形成した。

【0125】該SiO<sub>2</sub>層表面と別に用意したSi基板の表面とを重ね合わせ、接触させた後、1180℃で5分の熱処理をし、貼り合わせをおこなう。こうして得られた複合部材の模式的断面図を、図11に示す。図11によれば、複合部材は、第一の基板1と第二の基板2との間に、酸化膜6と、単結晶Si層4と、多孔質第一層23と、多孔質第二層22とがそれぞれ層をなし、多孔質第一層23の中央部分35と、その周辺部分36と、多孔質第二層22の中央部分33と、その周辺部分34とからなる状態を示している。

【0126】この図11により、ウェハ端面に多孔質層

を表出させ、多孔質Siをある程度エッチングし、そこへ剃刀の刃のように鋭利な板を挿入したところ、多孔質Si層が破断しウェハは二分割され、多孔質Siが表出した。その後、多孔質Si層をHF/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH系のエッチング液で選択エッチングする。多孔質Siは選択エッチングされ完全に除去された。非多孔質Si単結晶の該エッチング液にたいするエッチング速度は、極めて低く、非多孔質層におけるエッチング量は実用上無視できる膜厚減少である。すなわち、Si酸化膜上に0.2μmの厚みを持った単結晶Si層が形成できた。多孔質Siの選択エッチングによっても単結晶Si層には何ら変化はなかった。こうして得られたSOI基板を水素雰囲気中で熱処理した。

【0127】透過電子顕微鏡による断面観察の結果、Si層には新たな結晶欠陥は導入されておらず、良好な結晶性が維持されていることが確認された。エピタキシャルSi層表面に酸化膜を形成しなくても同様の結果が得られた。第1のSi単結晶基板は残留多孔質Siを除去して、再度第1のSi単結晶基板として使用した。

【0128】[実施例3]本実施例では、625μmの厚みを持った比抵抗 $0.01\Omega\cdot\text{cm}$ のP型（あるいはN型でもよい）の8インチ径の第1の（100）単結晶Si基板を、HF溶液中において陽極化成を行った。陽極化成層の化成電極及び上記Si単結晶基板と平行な面の断面積を該Si基板の面積の約2倍と成るように化成槽を作成し、これを使用した。

【0129】陽極化成条件は以下のとおりである。

【0130】化成電流：2.6(A)

陽極化成溶液：HF：H<sub>2</sub>O：C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH＝1：1：1  
時間：11（分）

このようにして化成した基板の多孔質層第一層の中央部の厚さは約12ミクロンで中央部の多孔度は約20%、周辺部の多孔質層の厚さは最大で約19ミクロンで多孔度は30%であった。第一層化成後第二層の化成を下記の条件で引き続いて行った。

【0131】電流密度：8(A)

陽極化成溶液：HF：H<sub>2</sub>O：C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH＝1：1：1  
時間：2（分）

第一層形成後に上記のような条件で第二層の化成を行うと第二層の中央の膜厚は約2ミクロン、多孔度は40%程度であった。しかし基板の周辺部では多孔度は最大55%程度、その厚さは2ミクロン未満であった。

【0132】ただし多孔質層第一層の表面付近では中央部も周辺部も孔の大きさに顕著な差は見られない。このことは後の工程で多孔質層状に欠陥の少ないSiの単結晶をエピタキシャル成長させる上で非常に大切である。

【0133】この基板を酸素雰囲気中400℃で1時間酸化した。この酸化により多孔質Siの孔の内壁は熱酸化膜で覆われた。HF溶液で洗浄し、水素雰囲気中で熱処理した後、多孔質Si上にCVD法により単結晶Si



を0.3 $\mu$ mエピタキシャル成長する。成長条件は以下の通りである。

【0134】ソースガス： $\text{SiH}_4$

キャリアーガス： $\text{H}_2$

温度：900℃

圧力： $1 \times 10^{-2}$ Torr

成長速度：3.3nm/sec

さらに、このエピタキシャルSi層表面に熱酸化により100nmの $\text{SiO}_2$ 層を形成した。

【0135】該 $\text{SiO}_2$ 層表面と別に用意したSi基板の表面とを重ね合わせ、接触させた後、1180℃で5分間の熱処理をし、貼り合わせをおこなう。こうして、上述した図11のような複合部材を得た。ウェハ側面に水圧300kgf/cm<sup>2</sup>、直径0.1mmの条件でウォータージェット噴射を行ったところ多孔質Si層が破断しウェハはきわめて良好に二分割され、多孔質Siが表出する。その後、多孔質Si層を $\text{HF}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 系のエッチング液で選択エッチングする。多孔質Siは選択エッチングされ完全に除去された。非多孔質Si単結晶の該エッチング液に対するエッチング速度は、極めて低く、非多孔質層におけるエッチング量は実用上無視できる膜厚減少である。すなわち、Si酸化膜上に0.2 $\mu$ mの厚みを持った単結晶Si層が形成できた。多孔質Siの選択エッチングによっても単結晶Si層には何ら変化はなかった。こうして得られたSOI基板を水素雰囲気中で熱処理した。

【0136】透過電子顕微鏡による断面観察の結果、Si層には新たな結晶欠陥は導入されておらず、良好な結晶性が維持されていることが確認された。エピタキシャルSi層表面に酸化膜を形成しなくても同様の結果が得られた。第1のSi単結晶基板は残留多孔質Siを除去して、再度第1のSi単結晶基板として使用した。

【0137】[実施例4]本実施例では、625 $\mu$ mの厚みを持った比抵抗0.01 $\Omega \cdot \text{cm}$ のP型あるいはN型の8インチ径の第1の(100)単結晶Si基板を、HF溶液中において陽極化成を行った。陽極化成層の化成電極及び上記Si単結晶基体と平行な面の断面積を該Si基体の面積の約1.3倍と成るように化成槽を作成し、これを使用した。

【0138】陽極化成条件は以下のとおりである。

【0139】化成電流：2.6(A)

陽極化成溶液： $\text{HF}:\text{H}_2\text{O}:\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}=1:1:1$   
時間：11(分)

このようにして化成した基体の多孔質層第一層の中央部の厚さは約6ミクロンで中央部の多孔度は約20%であった。周辺部の多孔質層の厚さは最大で約8ミクロンで多孔度は25%であった。第一層化成後第二層の化成を下記の条件で引き続いておこなう。

【0140】電流密度：12(A)

陽極化成溶液： $\text{HF}:\text{H}_2\text{O}:\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}=1:1:1$

時間：1(分)

多孔質層第一層の表面付近では中央部も周辺部も孔の大きさに顕著な差は見られない。このことは後の工程で多孔質層上に欠陥のないSiの単結晶をエピタキシャル成長させる上で非常に大切である。

【0141】この基板を酸素雰囲気中400℃で1時間酸化した。この酸化により多孔質Siの孔の内壁は熱酸化膜で覆われた。HF溶液で洗浄し、水素雰囲気中で熱処理した後、多孔質Si上にCVD法により単結晶Siを0.3 $\mu$ mエピタキシャル成長させた。成長条件は以下の通りである。

【0142】ソースガス： $\text{SiH}_4$

キャリアーガス： $\text{H}_2$

温度：900℃

圧力： $1 \times 10^{-2}$ Torr

成長速度：3.3nm/sec

さらに、このエピタキシャルSi層表面に熱酸化により100nmの $\text{SiO}_2$ 層を形成した。

【0143】該 $\text{SiO}_2$ 層表面と別に用意したSi基板の表面とを重ね合わせ、接触させた後、1180℃で5分間の熱処理をし、貼り合わせをおこなった。ウェハ端面に多孔質層を表出させ、多孔質Siをある程度エッチングすることなく、そこへ水圧300kgf/cm<sup>2</sup>、直径0.1mmの条件でウォータージェット噴射を行うと、多孔質Si層が破断し、ウェハはきわめて良好に二分割され、多孔質Siが表出する。その後、多孔質Si層を $\text{HF}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 系のエッチング液で選択エッチングした。多孔質Siは実施例3よりも短い時間で選択エッチングされ完全に除去した。非多孔質Si単結晶の該エッチング液に対するエッチング速度は、極めて低く、非多孔質層におけるエッチング量は実用上無視できる膜厚減少である。すなわち、Si酸化膜上に0.2 $\mu$ mの厚みを持った単結晶Si層が形成できた。多孔質Siの選択エッチングによっても単結晶Si層には何ら変化はない。こうして得られたSOI基板を水素雰囲気中で熱処理した。

【0144】透過電子顕微鏡による断面観察の結果、Si層には新たな結晶欠陥は導入されておらず、良好な結晶性が維持されていることが確認された。エピタキシャルSi層表面に酸化膜を形成しなくても同様の結果が得られた。第1のSi単結晶基板は残留多孔質Siを除去して、再度第1のSi単結晶基板として使用した。

【0145】[実施例5]本実施例では、625 $\mu$ mの厚みを持った比抵抗0.01 $\Omega \cdot \text{cm}$ のP型(あるいはN型でもよい)の8インチ径の第1の(100)単結晶Si基板を、HF溶液中において陽極化成を行う。陽極化成層の化成電極及び上記Si単結晶基体と平行な面の断面積を該Si基体の面積の約1.3倍と成るように化成槽を作成し、これを使用した。

【0146】陽極化成条件は以下のとおりである。

【0147】化成電流：2.6 (A)

陽極化成溶液：HF：H<sub>2</sub>O：C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH=1：1：1  
時間：11 (分)

このようにして化成した基体の多孔質層第一層の中央部の厚さは約6ミクロンで中央部の多孔度は約20%、周辺部の多孔質層の厚さは最大で約8ミクロン、多孔度は25%であった。第一層化成後第二層の化成を下記の条件で引き続いて行った。

【0148】電流密度：12 (A)

陽極化成溶液：HF：H<sub>2</sub>O：C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH=1：1：1  
時間：1 (分)

多孔質層第一層の表面付近では中央部も周辺部も孔の大きさに顕著な差は見られない。このことは後の工程で多孔質層上に欠陥の少ないSiの単結晶をエピタキシャル成長させる上で非常に大切である。

【0149】この基板を酸素雰囲気中400℃で1時間酸化した。この酸化により多孔質Siの孔の内壁は熱酸化膜で覆われた。HF溶液で洗浄し、水素雰囲気中で熱処理した後、多孔質Si上にCVD法により単結晶Siを0.3μmエピタキシャル成長させた。成長条件は以下の通りであった。

【0150】ソースガス：SiH<sub>4</sub>

キャリアーガス：H<sub>2</sub>

温度：900℃

圧力：1×10<sup>-2</sup>Torr

成長速度：3.3nm/sec

さらに、このエピタキシャルSi層表面に熱酸化により100nmのSiO<sub>2</sub>層を形成した。

【0151】該SiO<sub>2</sub>層表面と別に用意したSi基板の表面とを重ね合わせ、接触させた後、1180℃で5分間の熱処理をし、貼り合わせをおこなう。ウェハ端面に多孔質層を表出させ、多孔質Siをある程度エッチングする。こうして作成した多数枚の貼り合わせ基体を同時超音波照射装置の水槽に沈め50kHz程度の超音波を照射したところすべての貼り合わせ基体の多孔質Si層が破壊しウェハは一挙に二分割され、多孔質Siが表出した。その後、多孔質Si層をHF/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH系のエッチング液で選択エッチングする。多孔質Siは実施例3よりも短い時間で選択エッチングされ完全に除去される。非多孔質Si単結晶の該エッチング液に対するエッチング速度は、極めて低く、非多孔質層におけるエッチング量は実用上無視できる膜厚減少である。すなわち、Si酸化膜上に0.2μmの厚みを持った単結晶Si層が形成できた。多孔質Siの選択エッチングによっても単結晶Si層には何ら変化はない。

【0152】透過電子顕微鏡による断面観察の結果、Si層には新たな結晶欠陥は導入されておらず、良好な結晶性が維持されていることが確認された。エピタキシャルSi層表面に酸化膜を形成しなくても同様の結果が得られた。第1のSi単結晶基板は残留多孔質Siを除去

して、再度第1のSi単結晶基板として使用した。

【0153】[実施例6] 本実施例では、第1の単結晶Si基板表面に、絶縁層として熱酸化により200nmの酸化膜(SiO<sub>2</sub>層)を形成した。

【0154】ここで投影飛程がSi基板中になるように、第1の基板表面から第一回目のイオン注入を行った。これによって、分離領域として働く層が、投影飛程の深さの所に微小気泡層あるいは注入イオン種高濃度層による歪み層として形成された。この後第一回目とほぼ同一の条件で基板の周辺部10mmの範囲に再度イオン注入を行った。これにより周辺部のイオン注入量は中央部の約2倍となった。

【0155】上記イオン注入後、該SiO<sub>2</sub>層表面と別に用意した第2のSi基板の表面とを重ね合わせ、接触させた後、600℃の温度で熱処理をし、貼り合わせを行った。

【0156】上記のようにして形成された貼り合わせ基板を中心部で保持し、中心軸の周りに回転させつつ、周辺部から貼り合わせ面に平行に水圧300kgf/cm<sup>2</sup>、直径0.1mmの条件でウォータージェット噴射を行ったところ前記分離領域が破壊しウェハはきわめて良好に分離された。

【0157】その結果、元々第一の基体表面に形成されたSiO<sub>2</sub>層、表面単結晶層、および分離層の一部が第2の基板側に移設された、第1の基板表面には分離層の残りの部分が残った。上記分離の後上記第2の基板を1000℃でアニールし、その後第2の基板上に移設された分離層をCMP装置で研磨して除去し、表面を平滑化した。

【0158】すなわち、Si酸化膜上に0.2μmの厚みを持った単結晶Si層が形成できる。こうして出来上がった絶縁層上に形成された単結晶Si層の膜厚を面内全面について、100点位置で測定したところ、膜厚の均一性は201nm±7nmであった。

【0159】透過電子顕微鏡による断面観察の結果、Si層には新たな結晶欠陥は導入されておらず、良好な結晶性が維持されていることが確認された。

【0160】さらに水素中で1100℃で熱処理を1時間行い、表面粗さを原子間力顕微鏡で評価したところ、50μm角の領域での平均2乗粗さはおよそ0.2nmで通常市販されているSiウェハと同等であった。

【0161】酸化膜は、エピタキシャル層表面でなく、第2の基板表面に形成しても、あるいは、その両者に形成しても同様の結果が得られる。

【0162】また、第1の基板側に残った分離層をエッチング及び表面研磨により再生し、さらに必要に応じて水素アニール等の表面処理を施して再び第1の基板としてあるいは第2の基板として投入することができる。

【0163】本実施例は、元々Siウェハの表面領域をイオン注入による分離層を介して第2の基体に移設する

例であるが、エピタキシャルウェハを用いてエピタキシャル層をイオン注入による分離層を介して、第2の基板に移設してもよい。また、本実施例のイオン注入後に、表面 $\text{SiO}_2$ を除去してからエピタキシャル層を形成して、更に $\text{SiO}_2$ を形成した後、貼り合わせ工程に入って、エピタキシャル層をイオン注入による分離層を介して第2の基板に移設してもよい。後者の場合は元々 $\text{Si}$ ウェハの表面領域も移設されることになる。

【0164】

【発明の効果】上記各実施例によれば、複合部材を分離する場合、分離の力の力を高くしても貼り合わせ基板のエッジ部から分離が内部へ進行していく時に、途中まで分離した基板の片方または両方が割れることはない。

【0165】また、分離領域が崩壊して発生するパーティクルが工程を汚染することを防止できる。また流体を使わず他の方法によって分離しようとする場合にも、分離の歩留まりを向上できる。

【0166】さらに、貼り合わせた半導体基板その他の複合部材に作り込まれた分離領域から基板を分離する場合に、途中の工程では分離が起こらず、分離工程では確実に分離するのに適した複合部材を形成することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による複合部材の模式的断面図である。

【図2】本発明による複合部材の上面図である。

【図3】本発明による複合部材の機械的強度の面内分布を示す。

【図4】本発明に用いられる陽極化成法を適用する状態図である。

【図5】本発明による半導体基板の多孔質体の特性図である。

【図6】本発明による複合部材の分離方法を示す図である。

【図7】ウォータージェット装置の概念図である。

【図8】本発明による複合部材の断面図である。

【図9】ポーラスの厚さと化成電流の特性図である。

【図10】第一層の膜厚に対する第二層の多孔度の特性図である。

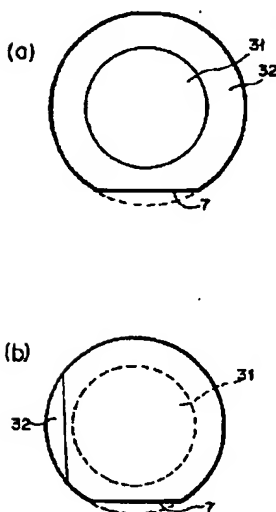
【図11】本発明の一実施例による複合部材の断面図である。

【図12】従来の半導体基板の作製工程を示す図である。

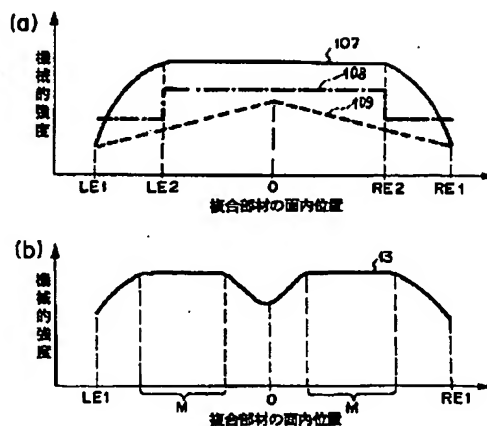
【符号の説明】

- 1 第一の基体
- 2 第二の基体
- 3 分離領域
- 4 単結晶 $\text{Si}$ 層
- 5 貼り合わせ界面
- 6 酸化膜
- 11 電源
- 12 陰電極
- 13 陽電極
- 14, 15 ウェハホルダー
- 16 ウェハ
- 21 第一の基体
- 22 多孔質第二層
- 23 多孔質第一層
- 24 単結晶 $\text{Si}$ 層
- 25 貼り合わせ界面
- 26 酸化膜
- 27 第二の基体
- 401 半導体基板

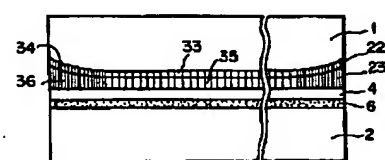
【図2】



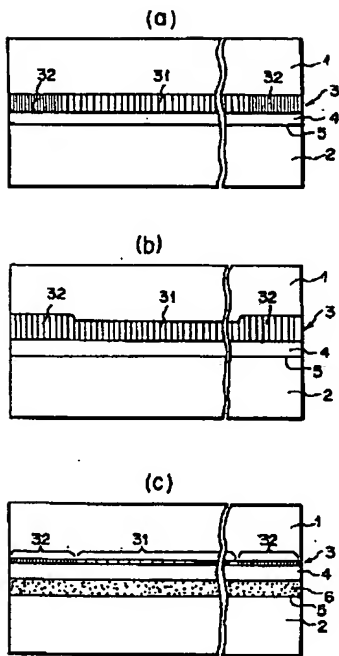
【図3】



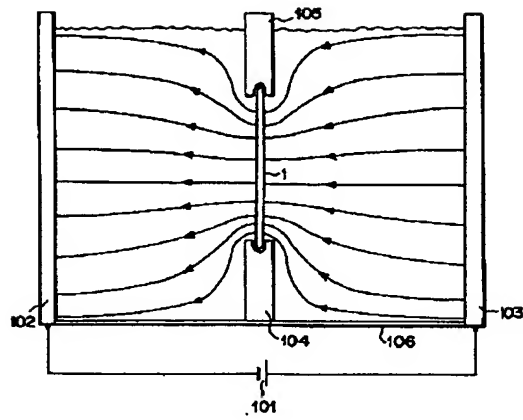
【図11】



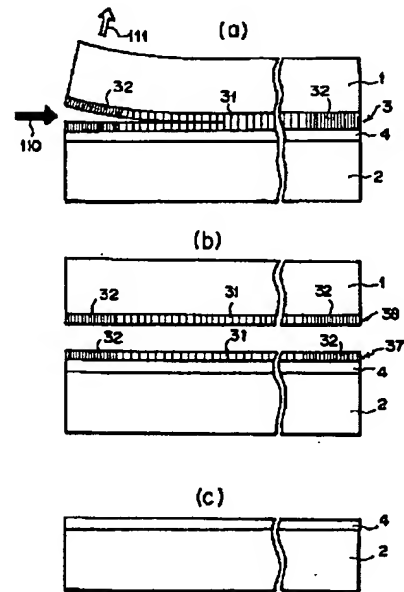
【図1】



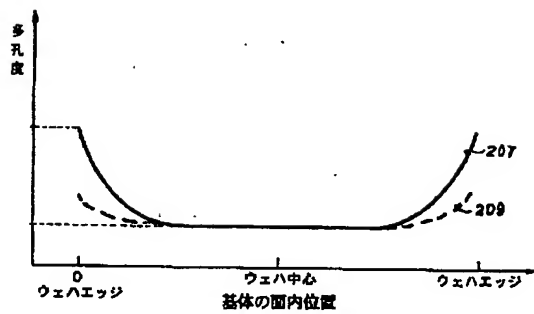
【図4】



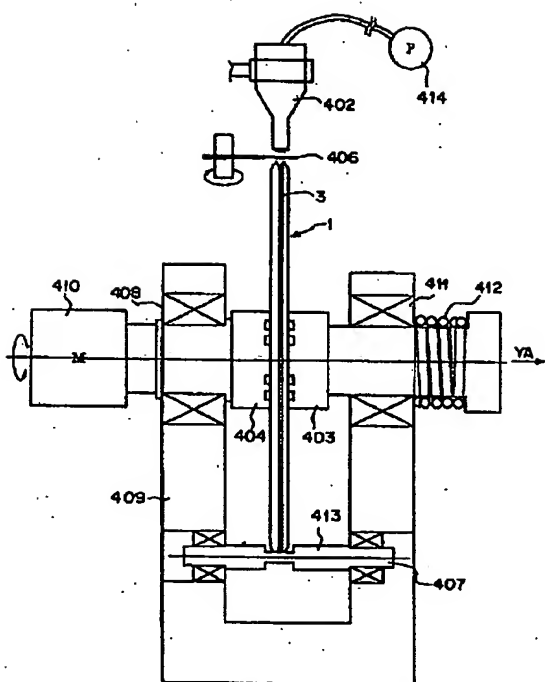
【図6】



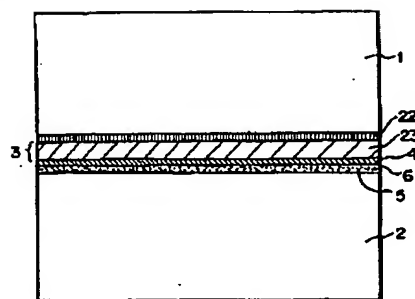
【図5】



【図7】

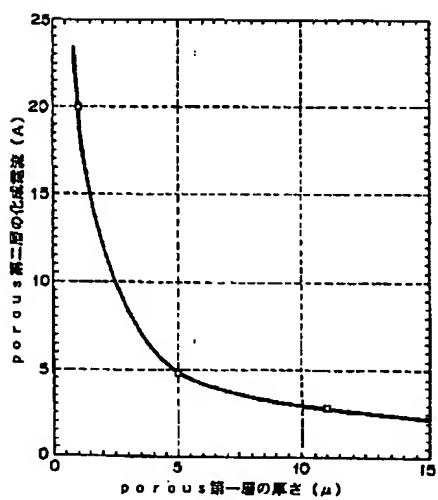


【図8】

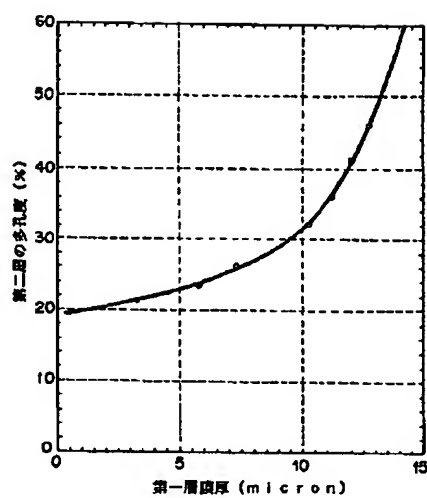


- 1: 第一の基体
- 2: 第二の基体
- 3: 分離領域
- 4: 単結晶Si層
- 5: 貼り合わせ界面
- 6: 酸化膜
- 22: 多孔質第二層(高多孔度)
- 23: 多孔質第一層(低多孔度)

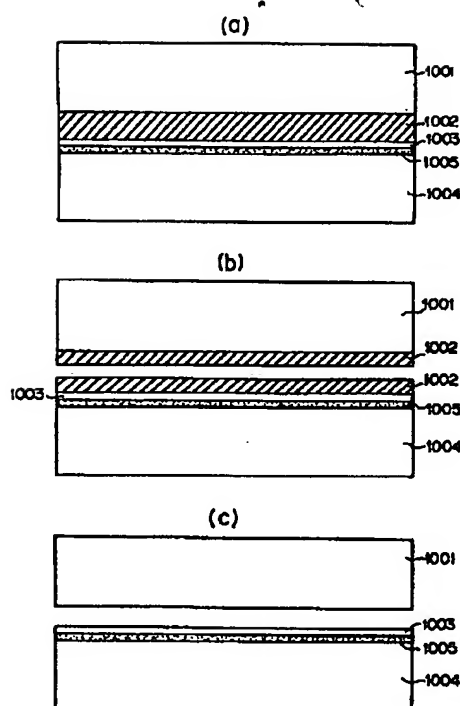
【図9】



【図10】



【図12】



## 【手続補正書】

【提出日】平成11年6月22日

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 複合部材を、分離領域で複数の部材に分離する工程を含む複合部材の分離方法において、前記分離領域の機械的強度が前記複合部材の表面に沿った方向に不均一であり該分離領域の周辺部の機械的強度が局所的に弱いことを特徴とする分離方法。

【請求項2】 前記分離領域の機械的強度が貼り合わせ箇所よりも弱い請求項1に記載の分離方法。

【請求項3】 前記分離領域が陽極化成法によって形成された多孔質層である請求項1に記載の分離方法。

【請求項4】 前記複合部材が概略円盤状であり、前記分離領域の機械的強度が該複合部材内の中央部で高く周辺部で低く、且つ円周方向に沿ってほぼ均一である請求項1に記載の分離方法。

【請求項5】 互いに多孔度の異なる部分を形成することによって前記分離領域の機械的強度を不均一にする請求項1に記載の分離方法。

【請求項6】 前記分離領域の多孔度を中央部よりも周辺部で高くする請求項1に記載の分離方法。

【請求項7】 前記分離領域に、互に厚さの異なる部分を形成することによって機械的強度を不均一にする請求項1に記載の分離方法。

【請求項8】 前記多孔質層の厚さを中央部よりも周辺部で厚くする請求項5に記載の分離方法。

【請求項9】 前記分離領域が機械的強度の異なる複数の層からなる請求項1に記載の分離方法。

【請求項10】 前記分離領域は多孔度が高い層と多孔度が低い層とを有する請求項1に記載の分離方法。

【請求項11】 前記多孔度が高い層の多孔度が中央部よりも周辺部でより高い請求項10に記載の分離方法。

【請求項12】 前記多孔度が低い層の厚さを中央部よりも周辺部で厚くし、前記多孔度が高い層の多孔度を中央部よりも周辺部で高くする請求項10に記載の分離方法。

【請求項13】 前記分離領域を形成するための陽極化成の電流密度を面内で変化させることにより前記多孔度が低い層の周辺部における厚さを基体の中央部より厚くすることを特徴とする請求項12に記載の分離方法。

【請求項14】 前記陽極化成される基体の近傍における陽極化成液中のイオン電流が流れる断面積を、前記基

体の面積よりも大きくすることによって、周辺部に流入する化成電流の面密度を中央部に流入する化成電流の面密度よりも大きくし、前記多孔度の低い層の周辺部の厚さを中央部より厚くし、その後形成する前記多孔度の高い層の周辺部の多孔度を中央部の多孔度より高くすることを特徴とする請求項13に記載の分離方法。

【請求項15】 前記陽極化成される基体近傍に、前記基体表面に流入するイオン電流分布を制御する電流ガイドを設けて、前記多孔度の低い層の厚さを面内で異ならしめることを特徴とする請求項13に記載の分離方法。

【請求項16】 前記分離領域は、イオン打ち込みにより形成された微小気泡を得ることのできる層である請求項1に記載の分離方法。

【請求項17】 前記分離領域の周辺部のイオン注入量を中央部より大きくする請求項16に記載の分離方法。

【請求項18】 流体を吹き付けることにより、前記分離領域に亀裂を生じさせることを特徴とする請求項1に記載の分離方法。

【請求項19】 前記流体を吹き付ける方法として、高圧の水流をノズルから吹き出すウォーター・ジェット法を用いる請求項18に記載の分離方法。

【請求項20】 前記複合部材の側面に、流体を受けて前記分離領域を押し広げる方向の力を生ずるような、凹型を形成する請求項18に記載の分離方法。

【請求項21】 前記複合部材は単結晶シリコン基板を部分的に多孔質化することによって多孔質単結晶シリコン層を形成し、該多孔質単結晶シリコン層上に非多孔質単結晶シリコン層をエピタキシャル成長することによって形成された基体を有することを特徴とする請求項18に記載の分離方法。

【請求項22】 前記複合部材は第一の基体と第二の基体が、絶縁層を介して貼り合わされたものであり、該絶縁層は前記第一の基体の非多孔質単結晶シリコン層の表面を酸化することによって形成されたものであることを特徴とする請求項1に記載の分離方法。

【請求項23】 前記分離領域として単結晶半導体から成る第一の基体の所定の深さにイオンを打ち込むことにより微小気泡を得ることのできるイオン打ち込み層を形成する工程、前記第一の基体と前記第二の基体とを、前記第一の基体のイオンを打ち込んだ面が内側に位置する複合部材が得られるようにして貼り合わせる工程、及び前記複合部材の側面に流体を吹き付けることにより、前記複合部材を分離する工程とを有することを特徴とする請求項1に記載の分離方法。

【請求項24】 前記複合部材の側面に、流体を受けてイオン打ち込み層を押し広げる方向の力を生ずるような、凹型を持たせる請求項1に記載の分離方法。

【請求項25】 前記イオン打ち込み層は、前記貼り合わせ箇所よりも機械的強度が弱い請求項23に記載の分離方法。

【請求項26】 前記周辺部の多孔度と、多孔度の極小値と、の差が5%以上である請求項1に記載の分離方法。

【請求項27】 前記周辺部の多孔度と、多孔度の極小値と、の差が10%以上である請求項1に記載の分離方法。

【請求項28】 前記周辺部の多孔度は、20%以上80%以下から選択される請求項1に記載の分離方法。

【請求項29】 前記周辺部の多孔度は、35%以上80%以下から選択される請求項1に記載の分離方法。

【請求項30】 前記中央部の多孔度は5%以上35%未満から選択される請求項1に記載の分離方法。

【請求項31】 前記中央部の多孔度は5%以上20%未満から選択される請求項1に記載の分離方法。

【請求項32】 前記分離領域は、前記周辺部の面積より機械的強度が高い部分の面積が大きい請求項1に記載の分離方法。

【請求項33】 前記分離領域は、機械的強度が高い部分が前記複合部材の中心からずれている請求項1に記載の分離方法。

【請求項34】 請求項1に記載の分離方法を用いた半導体基体の製造方法。

【請求項35】 第一の基体と第二の基体が互いに貼り合わされた複合部材を、貼り合わせ面とは異なる箇所に形成された分離領域で複数の部材に分離する工程を含む半導体基体の製造方法において、前記分離領域の機械的強度が該貼り合わせ面に沿った方向に不均一であり該分離領域の周辺部の機械的強度が局所的に弱いことを特徴とする半導体基体の製造方法。

【請求項36】 前記分離領域の機械的強度が前記貼り合わせ面よりも弱い請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項37】 前記分離領域が陽極化成法によって形成された多孔質層である請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項38】 前記複合部材が概略円盤状であり、前記分離領域の機械的強度が該複合部材内の中央部で高く周辺部で低く、且つ円周方向に沿ってほぼ均一である請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項39】 互いに多孔度の異なる部分を形成することによって前記分離領域の機械的強度を不均一にする請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項40】 前記分離領域の多孔度を中央部よりも周辺部で高くする請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項41】 前記分離領域に、互に厚さの異なる部分を形成することによって機械的強度を不均一にする請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項42】 前記多孔質層の厚さを中央部よりも周辺部で厚くする請求項38に記載の半導体基体の製造方法。



法。

【請求項43】 前記分離領域が機械的強度の異なる複数の層からなる請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項44】 前記分離領域は多孔度が高い層と多孔度が低い層とを有する請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項45】 前記多孔度が高い層の多孔度が中央部よりも周辺部でより高い請求項43に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項46】 前記多孔度が低い層の厚さを中央部よりも周辺部で厚くし、前記多孔度が高い層の多孔度を中央部よりも周辺部で高くする請求項43に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項47】 陽極化成の電流密度を面内で変化させることにより前記多孔度が低い層の周辺部における厚さを基体の中央部より厚くすることを特徴とする請求項46に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項48】 陽極化成される前記第一の基体の近傍における陽極化成液中のイオン電流が流れる断面積を、前記第一の基体の面積よりも大きくすることによって、周辺部に流入する化成電流の面密度を中央部に流入する化成電流の面密度よりも大きくし、前記多孔度の低い層の周辺部の厚さを中央部より厚くし、これによりその後形成する前記多孔度の高い層の周辺部の多孔度を中央部の多孔度より高くすることを特徴とする請求項47に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項49】 前記陽極化成される第一の基体近傍に、前記第一の基体表面に流入するイオン電流分布を制御する電流ガイドを設けて、前記多孔度の低い層の厚さを面内で異ならしめることを特徴とする請求項47に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項50】 前記分離領域は、イオン打ち込みにより形成された微少気泡を得ることのできる層である請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項51】 周辺部のイオン注入量を中央部より大きくする請求項50に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項52】 前記分離領域付近に流体を吹き付けることにより、前記分離領域に亀裂を生じさせることを特徴とする請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項53】 前記流体を吹き付ける方法として、高圧の水流をノズルから吹き出すウォーター・ジェット法を用いる請求項52に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項54】 前記複合部材の側面に、流体を受けて分離領域を押し上げる方向の力を生ずるような、凹型を持たせる請求項52に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項55】 前記第一の基体は、単結晶シリコン基板を部分的に多孔質化することによって多孔質単結晶シリコン層を形成し、該多孔質単結晶シリコン層上に非多孔質単結晶シリコン層をエピタキシャル成長することによ

って形成される請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項56】 前記第一の基体と前記第二の基体は、絶縁層を介して貼り合わされ、該絶縁層は前記第一の基体の非多孔質単結晶シリコン層の表面を酸化することによって形成される請求項54に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項57】 前記分離領域として単結晶半導体から成る前記第一の基体の所定の深さにイオンを打ち込むことにより、微少気泡層を得ることのできるイオン打ち込み層を形成する工程、前記第一の基体と前記第二の基体とを、前記第一の基体のイオンを打ち込んだ面が内側に位置する複合部材が得られるように、貼り合わせる工程、及び前記複合部材の側面に流体を吹き付けることにより、前記複合部材を分離する工程を有することを特徴とする請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項58】 前記複合部材の側面に、流体を受けてイオン打ち込み層を押し上げる方向の力を生ずるような、凹型を持たせる請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項59】 前記イオン打ち込み層は、前記貼り合わせ面よりも機械的強度が弱い請求項57に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項60】 前記周辺部の多孔度と、多孔度の極小値と、の差が5%以上である請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項61】 前記周辺部の多孔度と、多孔度の極小値と、の差が10%以上である請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項62】 前記周辺部の多孔度は、20%以上80%以下から選択される請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項63】 前記周辺部の多孔度は、35%以上80%以下から選択される請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項64】 前記中央部の多孔度は5%以上35%未満から選択される請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項65】 前記中央部の多孔度は5%以上20%未満から選択される請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項66】 前記分離領域は、前記周辺部の面積より機械的強度が高い部分の面積が大きい請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項67】 前記分離領域は、機械的強度が高い部分が前記複合部材の中心からずれている請求項35に記載の半導体基体の製造方法。

【請求項68】 内部に分離領域を有する複合部材において、前記分離領域の機械的強度が該複合部材の表面に沿った方向に不均一であり、該分離領域の周辺部の機械

的強度が局所的に弱いことを特徴とする複合部材。

【請求項69】 請求項34乃至67のいずれかに記

載された半導体基体の製造方法により製造された半導体  
基体。

ㄨ